

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number **2002235127 A**(43) Date of publication of application: **23.08.02**

(51) Int. Cl

**C22C 1/10**  
**C04B 41/88**  
**C22C 47/06**  
**C22C 49/06**  
**C22C 49/14**  
**H05B 3/10**  
**H05B 3/18**  
**/(C22C 49/14 , C22C101:14 ,**  
**C22C101:04 , C22C101:16 . )**

(21) Application number **2001031009**(22) Date of filing: **07.02.01**(71) Applicant: **TAIHEIYO CEMENT**  
**CORPCELANX KK**(72) Inventor: **HIGUCHI TAKESHI**  
**SHIMOJIMA HIROMASA**  
**ODANO CHOKUSUI**  
**HARADA TAMOTSU**

(54) **METHOD FOR PRODUCING METAL - CERAMICS**  
**COMPOSITE MATERIAL INCORPORATING**  
**HEATER, OR THE LIKE**

(57) Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a method for producing a metal - ceramics composite material incorporating a heater, or the like, which is produced at a low cost and free from leakage of water.

**SOLUTION:** The method for producing the metal -

ceramics composite material incorporating a heater, or the like, comprises forming a preform in which a stainless steel heater, or the like, is buried by using ceramics powder or a ceramics fiber being a reinforcing material, and then infiltrating aluminum or an aluminum alloy melted under a nitrogen atmosphere into the preform without pressurizing the aluminum or the aluminum alloy.

COPYRIGHT (C)2002,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-235127

(P2002-235127A)

(43) 公開日 平成14年8月23日 (2002.8.23)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テーマコード <sup>*</sup> (参考)
C 2 2 C 1/10		C 2 2 C 1/10	G 3 K 0 9 2
C 0 4 B 41/88		C 0 4 B 41/88	U 4 K 0 2 0
C 2 2 C 47/06		C 2 2 C 47/06	
49/06		49/06	
49/14		49/14	
審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 5 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号	特願2001-31009 (P2001-31009)	(71) 出願人	000000240 太平洋セメント株式会社 東京都千代田区西神田三丁目8番1号
(22) 出願日	平成13年2月7日 (2001.2.7)	(71) 出願人	596134840 セラックス株式会社 東京都台東区東上野三丁目37番9号
		(72) 発明者	樋口 毅 宮城県仙台市泉区明通3-7 セラックス 株式会社仙台工場
		(72) 発明者	下嶋 浩正 宮城県仙台市泉区明通3-7 セラックス 株式会社仙台工場
		最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 ヒータなどを内蔵した金属-セラミックス複合材料の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 コストが安く、水漏れの心配のないヒータなどを内蔵した金属-セラミックス複合材料の製造方法を提供すること。

【解決手段】 強化材であるセラミックス粉末またはセラミックス繊維でステンレスヒータなどを埋め込んだプリフォームを形成し、そのプリフォームに窒素雰囲気中で溶融したアルミニウムまたはアルミニウム合金を非加圧で浸透させることとしたヒータなどを内蔵した金属-セラミックス複合材料の製造方法。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 強化材であるセラミックス粉末またはセラミックス繊維でヒータなどを埋め込んだプリフォームを形成し、そのプリフォームに窒素雰囲気中で溶融したアルミニウムまたはアルミニウム合金を非加圧で浸透させることを特徴とするヒータなどを内蔵した金属-セラミックス複合材料の製造方法。

【請求項2】 強化材であるセラミックス粉末またはセラミックス繊維とマトリックスであるアルミニウムまたはアルミニウム合金とで複合材料を作製し、その作製した複合材料の面上にヒータなどを載置し、そのヒータなどにセラミックス粉末またはセラミックス繊維で形成されたプリフォームを被せ、そのプリフォームに窒素雰囲気中で溶融したアルミニウムまたはアルミニウム合金を非加圧で浸透させることを特徴とするヒータなどを内蔵した金属-セラミックス複合材料の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、金属-セラミックス複合材料の製造方法に関し、特にヒータなどを内蔵した金属-セラミックス複合材料の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】最近、半導体製造装置等にセラミックス粉末またはセラミックス繊維を強化材とし、アルミニウムまたはアルミニウム合金をマトリックスとする金属-セラミックス複合材料が使われ始められている。

【0003】この複合材料の製造方法、特に金属としてアルミニウムをマトリックスとする複合材料の製造方法としては、粉末冶金法、高圧鑄造法、真空鑄造法等の方法が従来から知られている。しかし、これらの方法では、強化材であるセラミックスの含有率を高くできない、あるいは大型の加圧装置が必要である、もしくはニアネットの成形が困難である、コストが極めて高いなどの理由によりいずれも満足できるものではなかった。

【0004】そこで最近では、上記問題を解決する製造方法として、米国ランクサイド社が開発した非加圧金属浸透法(Primex<sup>TM</sup>)がある。この方法は、SiCやAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>などのセラミックス粉末で形成されたプリフォームにMgを含むアルミニウム合金を接触させ、これをN<sub>2</sub>雰囲気炉中で700～900℃の温度に加熱して溶融したアルミニウム合金を浸透させる方法である。これは、Mgの化学反応を利用してセラミックス粉末と溶融金属との濡れ性を改善し、機械的な加圧を行わずともプリフォーム中に浸透できるという特徴があるので、加圧装置が不要な優れた方法である。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、この方法で作製された複合材料は、ヒータなどを内蔵させるためには、例えばヒータなどを埋め込む溝を形成した2個の複合材料を作製し、その溝にヒータなどを埋め込み、

その複合材料を貼りあわせ接合して作製するため、コストが極めて高いという問題があった。また、接合部があるので、ヒータからの熱を冷却するために冷却配管も内蔵した場合には、その接合部の接合面から水漏れが生じかねないという問題もあった。

【0006】本発明は、上述した金属-セラミックス複合材料の製造方法が有する課題に鑑みなされたものであって、その目的は、コストが安く、水漏れの心配のないヒータなどを内蔵した金属-セラミックス複合材料の製造方法を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、上記目的を達成するため鋭意研究した結果、ヒータなどを埋め込んだプリフォームにアルミニウムまたはアルミニウム合金を浸透させれば、コストが安く、水漏れの心配のないヒータなどを内蔵した複合材料が得られるとの知見を得て本発明を完成するに至った。

【0008】即ち、本発明は、(1)強化材であるセラミックス粉末またはセラミックス繊維でステンレスヒータなどを埋め込んだプリフォームを形成し、そのプリフォームに窒素雰囲気中で溶融したアルミニウムまたはアルミニウム合金を非加圧で浸透させることを特徴とするヒータなどを内蔵した金属-セラミックス複合材料の製造方法(請求項1)とし、(2)強化材であるセラミックス粉末またはセラミックス繊維とマトリックスであるアルミニウムまたはアルミニウム合金とで複合材料を作製し、その作製した複合材料の面上にヒータなどを載置し、そのヒータにセラミックス粉末またはセラミックス繊維で形成されたプリフォームを被せ、そのプリフォームに窒素雰囲気中で溶融したアルミニウムまたはアルミニウム合金を非加圧で浸透させることを特徴とするヒータなどを内蔵した金属-セラミックス複合材料の製造方法(請求項2)とすることを要旨とする。以下さらに詳細に説明する。

【0009】上記で述べたように、(1)の方法では、まずプリフォームの段階でヒータなどを埋め込んだプリフォームを形成し、そのプリフォームに溶融したアルミニウムまたはアルミニウム合金を浸透させることにより、ヒータなどが浸透してきたアルミニウムまたはアルミニウム合金と接合して一体化された複合材料となるので、水漏れの全く心配のない複合材料となり、しかも簡単な工程で成された複合材料であることから、コストの安い複合材料となるので、コストが安く、水漏れの心配のないヒータなどを内蔵した複合材料とすることのできる製造方法となる。

【0010】また、(2)方法では、あらかじめ作製した複合材料の面上にヒータなどを載置し、そのヒータなどにセラミックス粉末またはセラミックス繊維で形成されたプリフォームを被せることにより、プリフォームにヒータなどが埋め込まれたプリフォームとなり、そのプ

リフォームに溶解したアルミニウムまたはアルミニウム合金を浸透させることにより、ヒータなどが浸透してきたアルミニウムまたはアルミニウム合金と接合して一体化されると同時に、あらかじめ作製した複合材料中のアルミニウムまたはアルミニウム合金と溶着するので、これも先と同様コストが安く、水漏れの心配のないヒータなどを内蔵した複合材料とすることのできる製造方法となる。

【0011】そして、この方法は、アルミニウムまたはアルミニウム合金を浸透させるプリフォームの部分(1)の方法より大きく減少することから、アルミニウムまたはアルミニウム合金の浸透時間が短くなるので、大型の複合材料の場合、(1)の方法ではアルミニウムまたはアルミニウム合金の浸透時間が長くてヒータなどとアルミニウムまたはアルミニウム合金とが反応してヒータなどが劣化していたが、その劣化を抑えることができる方法ともなる。

【0012】

【発明の実施の形態】本発明の複合材料の製造方法をさらに詳しく述べると、まずセラミックスとしてSiC、 $Al_2O_3$ 、AlNなどのセラミックス粉末またはセラミックス繊維を用意し、一方、浸透させるアルミニウム合金としてMgを含むアルミニウム合金のインゴットも用意し、さらに埋め込むヒータ、必要があれば冷却配管も用意する。ヒータなどの材質については、セラミックス、あるいはアルミニウムと反応しない金属が挙げられるが、中でもステンレス製が汎用で耐熱性もあるので、より好ましい。一方、あらかじめ作製した複合材料を用いてヒータなどを内蔵させる場合には、その複合材料も事前に用意する必要がある。

【0013】用意したセラミックス粉末またはセラミックス繊維でセディメントキャスト法などによりヒータ、必要があれば冷却配管も埋め込んだプリフォームを形成する。ヒータや冷却配管を埋め込む方法としては、プリフォームにあらかじめヒータなどを埋め込む部分を設けたプリフォームを形成し、その部分に埋め込んでもよいし、形成したプリフォームに機械加工でヒータなどを埋め込む部分を形成し、その部分に埋め込んでもよい。

【0014】一方、事前に用意した複合材料の上面にヒータなどを載置し、そのヒータをプリフォームで被せる場合には、これも先と同じようにヒータなどを埋め込む部分をあらかじめ設けたプリフォームを形成してもよいし、プリフォームに機械加工してその部分を設けてもよいし、事前に用意した複合材料にヒータなどを埋め込む部分を設ける方法でもよい。この場合、機械加工によってその部分を形成すれば、より精度よくヒータの位置決めをすることができる。なお、ヒータなどの熱膨張係数がプリフォームより大きいので、ヒータなどとプリフォームとの間には0.5%以上のクリアランスが必要である。

【0015】得られたヒータなどを埋め込んだプリフォーム、あるいはヒータなどを埋め込み、プリフォームを被せた複合材料のプリフォーム部に先に用意したアルミニウム合金のインゴットを接触させ、それを窒素雰囲気中で700~900℃の温度で熱処理し、溶解したアルミニウム合金を非加圧で浸透させ、冷却して複合材料を作製する。

【0016】以上の方法で金属-セラミックス複合材料を作製すれば、コストが安く、水漏れの心配のないヒータなどを内蔵した金属-セラミックス複合材料が得られる。

【0017】

【実施例】以下本発明の実施例を比較例と共に具体的に挙げ、本発明をより詳細に説明する。

【0018】(実施例1)

(1) ヒータを内蔵した金属-セラミックス複合材料の作製

強化材として#180(平均粒径66 $\mu$ m)の市販SiC粉末70質量部と#500(平均粒径25 $\mu$ m)の市販SiC粉末30質量部を用い、それにバインダーとしてコロイダルシリカ液をシリカ固形分が2重量部となる量を添加し、それに消泡剤としてフォーマスタVL(サンノブコ社製)を0.2重量部、イオン交換水を24重量部加え、ポットミルで12時間混合した。

【0019】得られたスラリーを中央部に坂口電熱社製の外皮がSUS304からなる $\phi 10 \times L 200$ mmの棒状のステンレスシースヒータを埋め込める空間を形成できる100×200×30mmの成形体が得られるゴム型に流し込み、それを24時間静置し、SiC粉末を沈殿させ、上清液を布などで除去した後、それを冷凍室に入れ、30時間冷凍させて脱型した。得られた成形体を1000℃の温度で焼成してSiC粉末の充填率が70体積%のプリフォームを形成し、そのプリフォームにヒータを埋め込んだ。

【0020】得られたプリフォームにAl-12Si-3Mg組成のアルミニウム合金のインゴットを接触させ、それを窒素雰囲気中で825℃の温度で熱処理し、溶解したアルミニウム合金を24時間非加圧浸透させた後、冷却してヒータを内蔵した複合材料を作製した。

【0021】(評価)先ず得られた複合材料中に埋め込まれているヒータの導通をチェックして、ヒータとしての機能が失われていないことを確認した。そして、得られた複合材料をヒータ部分を含めて切断し、その切断面のヒータと複合材料との界面の状態を目視で調べた。その結果、界面は間隙やボアもなく、複合材料中のアルミニウム合金とヒータとが密実に接合されていることが認められた。

【0022】(実施例2)

(1) ヒータ及び冷却配管を内蔵した金属-セラミックス複合材料の作製

プリフォームとして実施例1のヒータとSUS430からなる10×10×200mm(厚さ1mm)の冷却配管とを埋め込める空間を形成できる100×200×30mmの成形体を得られるゴム型に流し込み、それによって成したプリフォームにヒータと冷却配管を埋め込んだ他は実施例1と同様にヒータと冷却配管を内蔵した複合材料を作製し、評価した。その結果、ヒータ及び冷却配管ともその界面は間隙やボアもなく、複合材料中のアルミニウム合金と密実に接合されていることが認められた。

#### 【0023】(実施例3)

(1) ヒータを内蔵した金属-セラミックス複合材料の作製

強化材として#180(平均粒径66 $\mu$ m)の市販SiC粉末70質量部と#500(平均粒径25 $\mu$ m)の市販SiC粉末30質量部を用い、それにバインダーとしてコロイダルシリカ液をシリカ固形分が2重量部となる量を添加し、それに消泡剤としてフォーモスタVL(サンノブコ社製)を0.2重量部、イオン交換水を24重量部加え、ポットミルで12時間混合した。

【0024】得られたスラリーを100×200×15mmの成形体を得られるゴム型に流し込み、それを24時間静置し、SiC粉末を沈殿させ、上澄み液を布などで除去した後、それを冷凍室に入れ、30時間冷凍させて脱型した。得られた成形体を1000℃の温度で焼成してSiC粉末の充填率が70体積%のプリフォームを2個形成した。

【0025】得られたプリフォームの1個にAl-12Si-3Mg組成のアルミニウム合金のインゴットを接触させ、それを窒素雰囲気中で825℃の温度で熱処理し、溶融したアルミニウム合金を24時間非加圧浸透させた後、冷却して複合材料を作製した。

【0026】得られた複合材料の面上に実施例1のヒータを載置し、その上にヒータを埋め込める空間を機械加工で設けた先に形成したプリフォームをヒータに被せ、そのプリフォームにAl-12Si-3Mg組成のアル

ミニウム合金のインゴットを接触させ、それを窒素雰囲気中で825℃の温度で熱処理し、溶融したアルミニウム合金を24時間非加圧浸透させた後、冷却してヒータを内蔵した複合材料を作製した。

【0027】(評価)得られた複合材料をヒータの部分を含めて切断し、その切断面のヒータと複合材料との界面及びあらかじめ作製した複合材料とその複合材料の上面のプリフォームに浸透させたアルミニウム合金との溶着面の状態を目視で調べた。その結果、ヒータとの界面は間隙やボアもなく、複合材料中のアルミニウム合金とヒータとが密実に接合されていることが認められた。また、溶着面もその部分が全く認められず、密実に溶着されていることが認められた。このことは、実施例1、2を含めて述べると本発明の複合材料であれば、コストが安く、水漏れの心配のないヒータなどを内蔵した金属-セラミックス複合材料とすることができることを示している。

【0028】(比較例)比較のためにヒータを埋め込む溝を形成した2個の複合材料を作製し、その溝にヒータを埋め込み、その複合材料同士を貼りあわせボルト締めによってヒータを埋め込んだ複合材料を作製し、それをヒータ部及び接合部を含めて切断し、その切断面のヒータと複合材料との界面及び複合材料同士の接合面の状態を目視で調べた。その結果、ヒータは多少の遊びがあり、また、接合面はゴム製のOリングによってシールしたが、水漏れの心配があった。

#### 【0029】

【発明の効果】以上の通り、本発明の金属-セラミックス複合材料の製造方法であれば、コストが安く、水漏れの心配のないヒータなどを内蔵した金属-セラミックス複合材料が得られることとなった。このことにより、工程が簡単で短縮されるので、作製効率が向上し、また、内蔵されているヒータなどと複合材料とが密実に一体化されているので、熱伝導がよく、ヒータあるいは冷却配管としての能力が向上した。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

FI

テマード(参考)

H05B 3/10

H05B 3/10

C

3/18

3/18

//(C22C 49/14

(C22C 49/14

101:14

101:14

101:04

101:04

101:16)

101:16)

:(5) 002-235127 (P2002-23U58

(72)発明者 小田野 直水  
宮城県仙台市泉区明通3-7 セラックス  
株式会社仙台工場

(72)発明者 原田 保  
宮城県仙台市泉区明通3-7 セラックス  
株式会社仙台工場

Fターム(参考) 3K092 PP20 QB02 QB61 QB62 VV12  
VV40

4K020 AA05 AA06 AA08 AA12 AA22  
AA27 AC01 BA05 BB02 BB22